

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

● EPODOC / EPO

PN - JP57196773 A 19821202
PD - 1982-12-02
PR - JP19810069732 19810508
OPD - 1981-05-08
TI - COMPOSITE SINTERED BODY FOR TOOL AND MANUFACTURE
IN - NAKAI TETSUO; YATSU SHIYUUJI
PA - SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES
IC - B22F7/04 ; B23B27/14 ; B23P15/28 ; B32B9/00 ; C04B35/52 ; C04B39/12

● WPI / DERWENT

TI - Compound sintered body mfr. for machine tools etc. - by bonding hard sintered body contg. diamond with a molybdenum-tungsten carbide cermet with transition metal intermediate layer

PR - JP19810069732 19810508

PN - JP57196773 A 19821202 DW 198303 009pp
- JP60049589B B 19851102 DW 198548 000pp

PA - (SUME) SUMITOMO ELECTRIC IND CO

IC - B22F7/04 ; B23B27/14 ; B23P15/28 ; B32B9/00 ; B32B15/04 ; C04B35/52 ; C04B39/12

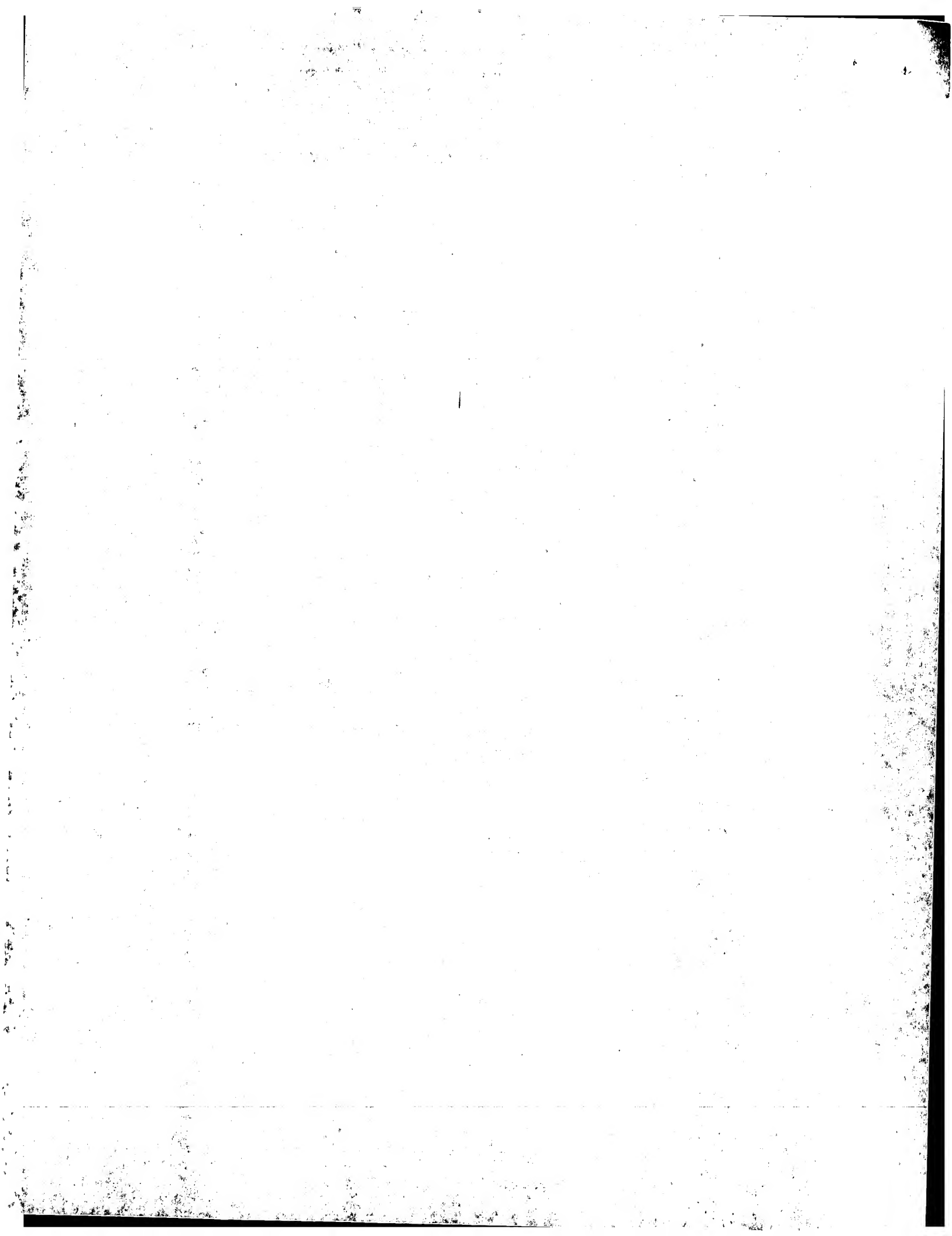
AB - J57196773 Compound sintered body (I) is made by (i) joining a hard sintered body contg. 20-99 vol.% diamond with a cermet, composed of a carbide of (Mo.W) contg. Mo as main component and binder of Fe gp. metal; (ii) interlaying an intermediary adhesion layer of 0.005-2mm thick of at least one mutual solid soln. of nitrides of Gps. IVa and Va transition metals or one of these substances contg. not more than 70 vol.% high press. phase boron nitride between them.

- (ii) is placed in the form of powder or a press-moulded body at a thickness below 2mm as the intermediary adhesion layer on the cermet composed, then powder contg. 20-99 vol.% diamond is placed on this layer with or without pressing. The layer contg. diamond, intermediary adhesion layer and the basic body of cermet are then bonded by hot-pressing under ultra-high pressure and high temp..

- (I) is useful as the bit of machining tools, dresser of whetstone, drill bit, etc. When joined to supporting body by soldering, stable bonding strength is obtd.

OPD - 1981-05-08

AN - 1983-05728K [03]



⑬ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭57—196773

⑤ Int. Cl.³

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和57年(1982)12月2日

C 04 B 39/12

7106—4G

B 22 F 7/04

6441—4K

B 23 B 27/14

7173—3C

B 23 P 15/28

7610—3C

B 32 B 9/00

6766—4F

C 04 B 35/52

7158—4G

発明の数 4

審査請求 有

(全 9 頁)

⑭ 工具用複合焼結体及びその製造方法

⑯ 発明者 矢津修示

⑰ 特 願 昭56—69732

⑱ 出 願 昭56(1981)5月8日

⑲ 発 明 者 中井哲男

伊丹市昆陽北1丁目1番1号住
友電気工業株式会社伊丹製作所
内

伊丹市昆陽北1丁目1番1号住
友電気工業株式会社伊丹製作所
内

⑳ 出 願 人 住友電気工業株式会社

大阪市東区北浜5丁目15番地

㉑ 代 理 人 弁理士 上代哲司

明 細 書

1. 発明の名称

工具用複合焼結体及びその製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) ダイヤモンドを20容積%以上、99容積%以下含有する硬質焼結体を、周期律表第4a、5a族遷移金属の窒化物の1種、もしくはこれらの混合物または相互固溶体化合物を主体としたもの、あるいはこれに高圧相型窒化硼素を70容積%未満含有したものより成る厚み0.005mm以上2mm以下の中間接合層を介して、モリブデンを主成分とする(Mo, W)Cの形の炭化物結晶を鉄族金属で結合したサーメットに接合したことを特徴とする工具用複合焼結体。

(2) 中間接合層が周期律表第4a族の遷移金属の窒化物の1種、もしくはこれらの混合物または相互固溶体化合物を主体としたもの、あるいはこれに高圧相型窒化硼素を70容積%未満含有したものより成る特許請求の範囲第(1)項記載の工具用複合焼結体。

(3) 周期律表第4a族金属がTiである特許請求の範囲第(2)項記載の工具用複合焼結体。

(4) ダイヤモンドを20容積%以上99容積%以下含有する硬質焼結体を、周期律表第4a、5a族遷移金属の窒化物の1種、もしくはこれらの混合物、または相互固溶体化合物とAlおよび/またはSiを0.1重量%以上50重量%以下含有するもの、あるいはこれに高圧相型窒化硼素を70容積%未満含有したものより成る厚み0.005mm以上2mm以下の中間接合層を介して、モリブデンを主成分とする(Mo, W)Cの形の炭化物結晶を鉄族金属で結合したサーメットに接合したことを特徴とする工具用複合焼結体。

(5) 中間接合層が周期律表第4a族の遷移金属の窒化物の1種、もしくはこれらの混合物または相互固溶体化合物とAlおよび/またはSiを0.1重量%以上50重量%以下含有するもの、あるいはこれに高圧相型窒化硼素を70容積%未満含有したものより成る特許請求の範囲第(4)項記載の工具用複合焼結体。

(6) 周期律表第4a族金属がTiである特許請求の範囲第(5)項記載の工具用複合焼結体。

(7) モリブデンを主成分とする(Mo, W)Cの形の炭化物結晶を鉄族金属で結合したサーメット母材上に周期律表第4a、5a族遷移金属の窒化物の1種、もしくはこれらの混合物、または相互固溶体化合物を主体としたもの、あるいはこれに高圧相型窒化硼素を70容量%未満含有したものからなる中間接合層としての粉末を型押成型して、もしくは粉末状で2mm以下にして載置するか、または該サーメット母材上に予め塗布しておきさらにその粉末の上にダイヤモンドを20容量%以上、99容量%以下含有する硬質焼結体形成粉末を型押成型して、もしくは粉末状で載置した後その全体を超高圧、高温下でホットプレスしてダイヤモンドを含有する硬質層、および中間接合層の焼結さらには該硬質層と中間接合層とサーメット母材との接合を行なわせることを特徴とする工具用複合焼結体の製造方法。

(8) 中間接合層としての粉末が周期律表第4a族

有するもの、あるいはこれに高圧相型窒化硼素を70容量%未満含有したものから成る中間接合層としての粉末を型押成型して、もしくは粉末状で2mm以下載置するか、または該サーメット母材上に予め塗布しておき、さらにその粉末の上にダイヤモンドを20容量%以上、99容量%以下含有する硬質焼結体形成粉末を型押成型して、もしくは粉末状で載置した後、その全体を超高圧高温下でホットプレスしてダイヤモンドを含有する硬質層、および中間接合層の焼結さらには該硬質層と中間接合層とサーメット母材との接合を行なわせることを特徴とする工具用複合焼結体の製造方法。

(9) 中間接合層としての粉末が周期律表第4a族金属の窒化物の一種、もしくはこれらの混合物または相互固溶体化合物とAlおよび/またはSiを0.1重量%以上50重量%以下含有するもの、あるいはこれに高圧相型窒化硼素を70容量%未満含有する特許請求の範囲第(2)項記載の工具用複合焼結体の製造方法。

(10) 周期律表第4a族金属がTiである特許請求

の遷移金属の窒化物の一種、もしくはこれらの混合物または相互固溶体化合物を主体としたもの、あるいはこれに高圧相型窒化硼素を70容量%未満含有する特許請求の範囲第(7)項記載の工具用複合焼結体の製造方法。

(11) 周期律表第4a族の遷移金属がTiである特許請求の範囲第(8)項記載の工具用複合焼結体の製造方法。

(12) 周期律表第4a族の遷移金属の窒化物を MN_x と表したときXの値が0.50以上0.95以下である特許請求の範囲第(8)項記載の工具用複合焼結体の製造方法。

(13) 周期律表第4a族の遷移金属がTiである特許請求の範囲第(10)項記載の工具用複合焼結体の製造方法。

(14) モリブデンを主成分とする(Mo, W)Cの形の炭化物結晶を鉄族金属で結合したサーメット母材上に周期律表第4a、5a族遷移金属の窒化物の1種、もしくはこれらの混合物または相互固溶体化合物とAlおよび/またはSiを0.1重量%以上50重量%以下含

の範囲第(3)項記載の工具用複合焼結体の製造方法。

(15) 周期律表第4a族の遷移金属の窒化物を MN_x と表わしたとき、Xの値が0.50以上0.95以下である特許請求の範囲第(3)項記載の工具用複合焼結体の製造方法。

(16) 周期律表第4a族遷移金属がTiである特許請求の範囲第(15)項記載の工具用複合焼結体の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

ダイヤモンドは最も高硬度の物質であり、単結晶ダイヤモンドを用いて非鉄金属材料等を切削加工することは以前から行われている。近年、超高圧焼結の技術を用いて、微細なダイヤモンド粒子をCoを主体とした金属で結合したダイヤモンド焼結体が市販され、これは単結晶ダイヤモンドよりも衝撃に対して強く、ダイヤモンド工具の適用範囲を拡大するものとして注目されている。この金属結合されたダイヤモンド焼結体は、ダイヤモンド層の厚みが約0.5mmであり、WC-Co超硬合金母材に直接接合されている。このものの製法に

については特公昭52-12126号公報に述べられているが、WC-Co 超硬合金の混合粉末、もしくはこれを予め焼結して得たWC-Co 超硬合金に接してダイヤモンド粉末を置き、これを超高压装置を用いて高压下で加熱して、母材となるWC-Co 混合粉末もしくはWC-Co 合金中のCo を融解せしめて、この融解したCo 成分がダイヤモンド粉末層中に移動し、ダイヤモンドの結合材となる。

本発明者らは上記の特許公告公報に開示されている実施例の追試をまず行つた。そして実施例に示されているようなWC-Co の型押体を用いることは実際上なかなか難かしいことを知つた。その難かしい点はWC-Co は極めて微粉であるから多量のガス成分を含むが、その対策処理が難かしいこと、型押体は強度が弱いので、ホットプレス時形状を保持することが難かしいことである。それ故本発明者らは次にWC-Co の焼結体を用いることを検討した。焼結体を用いると上記2点は解決されるが問題は亀裂が入ることであつた。これはWC-Co の強度以上の応力がホットプレス時、特

に最初に必要な圧力まで上げてから昇温するのが通常であるため、この昇圧時にWC-Co がホットプレスされる部分の変形に追従出来ないためと結論された。この変形に追従するためには破壊までの塑性変形能の大きなWC-Co 合金を使えばよいのであるが、このような合金はCo 量が多いか、WC 結晶の粒度が大きいものである。ところがこのような塑性変形能の大きな合金は剛性が低く、特に高温での剛性が低くなり、切削工具刃先の焼結体として使う意義が低下する。

そこで本発明者らの一人が他の研究者と共に鋭意研究している(Mo, W)Cを鉄族金属、特にNi, Co で結合した合金の利用に着目した。本発明者らの一人は他の研究者と協同で(Mo, W)Cの製法、(Mo, W)C基サーメットの製法、およびこのサーメットの特性を種々検討している。その結果として測定した特性を調べてみると、上述のWC-Coの本用途への欠点を、本サーメットは大巾にカバーしていることを見出した。すなわち第1図に示す如く(Mo, W)C基サーメット1及び2は、WC基

超硬合金3及び4より常温では軟かいが、高温では硬度が高い。このことは切削工具用途では特に重要である。また第2図に示す如くに、1, 5で示される(Mo, W)C-Coは3, 6及び7で示されるWC-Co に較べて破壊までの歪量が著しく大きい。この第2図に示された(Mo, W)C基サーメットの特徴は前述の本発明の目的によく合致するものである。すなわち塑性変形能は大きく剛性の大きな合金が見出されたものである。本発明のポイントは前述の超高压下ホットプレス時の要求性能と新しい合金の示す新しい性能との結合にある。

なおその他の性質、すなわち抗折力、熱伝導率、熱膨脹係数、耐食性、耐酸化性などは、WC-Co と(Mo, W)C-Co とには殆んど差が認められない。そこで本発明者等はこの(Mo, W)C基サーメットを母材として用い種々のダイヤモンド焼結体を作成した。その結果、母材の亀裂発生は防止できたものの、次のような問題があることがわかつた。

1. 仕立てるため鋼のバイトシヤンクにロウ付けした。超硬合金と鋼のロウ付けに使用する銀ロウ材は各種のものが開発されているがロウ付け温度は一般に750℃～800℃である、この温度で上記ダイヤモンド焼結体をロウ付けすると、ダイヤモンド層が母材(Mo, W)C基サーメット母材より剝離してしまう場合がある。たとえば1回のロウ付けで剝離しない場合も、数回加熱を繰返すと剝離する。更にこれを確認する為に(Mo, W)C基サーメット母材に直接接合されたダイヤモンド焼結体そのものを、真空炉を用いて 10^{-4} mm Hgの真空下で800℃に30分間加熱保持してみた。炉から取出した試料2個の中、1個はダイヤモンド焼結体層とサーメット母材界面が完全に剝離しており、他の1個は界面に亀裂を生じており、力を加えると容易に剝離した。この場合、実際の剝離面はダイヤモンド焼結体層とサーメット母材の界面であり、この界面の接着強度が加熱により低下したと考えられる。この原因を調査するため、サーメット母材とダイヤモンド焼結体の接合界面を顕微鏡で観察した。

たところダイヤモンド焼結体層はダイヤモンド粒子が相互に接合した構造を有し、そのすきまには (Mo, W)C 基サーメットの結合金属である鉄族金属があつたが、母材との界面はこの鉄族金属の富化された層があり、ダイヤモンド粒子はこの鉄族金属を介して (Mo, W)C 基サーメット母材と接合していた。

本発明者等の研究によると、ダイヤモンド粒子がダイヤモンドを溶解し、またダイヤモンドが熱力学的に安定な条件下でこれを成長させる鉄族金属等の触媒-溶媒金属を用いて超高压高温下焼結してダイヤモンド焼結体は常圧下で再加熱すると比較的低温でその強度が低下する。これはダイヤモンド粒子に接して存在する鉄族金属がダイヤモンドの黒鉛への逆変態を促進する触媒作用を有することによると推定される。ダイヤモンド焼結体層でダイヤモンド粒子間の直接接合が発達した焼結体においては、ダイヤモンド結合金属である鉄族金属の実質的な接触界面は減少しており、焼結体を再加熱した場合の強度低下は軽減される。と

もダイヤモンド焼結体層と母材サーメットの剝離は生じなかつた。

超硬合金母材との界面にこのような高温強度の低い中間層を有する複合焼結体は、これを切削工具として用いた場合、刃先となるダイヤモンド焼結体層に加わる応力と熱により中間層が塑性変形してしまい、刃先が破損するという欠点が生じる。また中間接合層が溶融する場合はダイヤモンド焼結体中に中間接合層の成分が侵入しダイヤモンド焼結体の性能を低下させる場合がある。

本発明者等はこのような欠点を解消すべく更に検討を加えた。前記した理由により、ダイヤモンド焼結体層とダイヤモンドの溶媒金属である鉄族金属を含有するサーメット母材とは直接接合せず、この接合界面には高温で変形し難い物質が存在していれば良い。更にこの中間接合層に要求される特性は、超高压下、焼結時にダイヤモンド及び母材サーメットと強固に接合し得ること、また焼結体に過大な残留応力を生じさせない為に熱膨

張りが試作した前記の焼結体ではダイヤモンド焼結体層は粒子間の結合が発達しているが、サーメット母材との界面は前記した如くダイヤモンド粒子と Co の接合面となつている。従つて、これを加熱した場合は母材との界面が強度低下の度合が大であり、劣化が進むことが予想される。また、試作した焼結体は (Mo, W)C 基サーメット母材から、この結合金属である鉄族金属を侵入させて焼結したものであるが、ダイヤモンド焼結体の結合材をサーメット母材の結合材と異なつたものとした場合、焼結中にサーメット母材の結合材がダイヤモンド焼結体内に侵入し製造できない。特にサーメット母材の結合材が侵入してダイヤモンド焼結体の性能が低下する場合は大問題である。このような接合界面の強度低下とサーメット母材からの結合材の侵入を防ぐ方法としては中間接合層の使用が考えられた。そこでサーメット母材とダイヤモンド焼結体の界面にダイヤモンドを溶解しない Cu の中間層を有する焼結体を試作してみた。この複合焼結体では真空中で 1000°C に加熱して

のそれと略一致していることが必要である。また切削工具として使用した場合、刃先に発生する熱を逃がす為に熱伝導度が良い方が望ましく、強度面からも余り脆いものは使えない。

以上の観点から、各種材料を検討した結果、周期律表第 4 a、5 a 族遷移金属の窒化物もしくはこれらの混合物、または相互固溶体化合物、もしくはこれらの窒化物混合物または相互固溶体化合物に 70 容量%未満の高压相型窒化硼素を含有した材料、あるいは周期律表第 4 a、5 a 族遷移金属の窒化物もしくはこれらの混合物または相互固溶体化合物と Al および / または Si を含有したもの、もしくはこれらの窒化物、混合物または相互固溶体化合物に 70 容量%未満の高压相型窒化硼素を含有した材料が適しているとの結論に達した。

これらの中間接合層は周期率表 4 a、5 a 族の窒化物あるいはこれに高压相型窒化硼素を含有したものであるため剛性が高く高温強度も優れてい

本発明者等の実験によると、ダイヤモンド焼結体を製造する超高压、高温条件下では、ダイヤモンド焼結体とサーメット母材は、この中間接合層を介して強固に接合していた。これらのCBNと炭化物、窒化物から成る中間接合層を有する複合焼結体はダイヤモンド焼結体層と中間接合層との界面にはサーメット母材等より流出したFe、Co等のダイヤモンド溶媒金属が多量に存在せず、ダイヤモンド粒子と中間接合層が直接接合している領域が大である。このため再加熱による強度低下が生じない。また本発明による中間接合層により鉄族金属のダイヤモンド焼結体内への侵入は防止されていた。以上の如く本発明によればダイヤモンド焼結体層を、(Mo, W)C基サーメット母材に強固に付着させることができ、さらに(Mo, W)C基サーメット母材の結合材である鉄族金属の侵入を防止できるが、これらの理由としては次の如く推測される。

まず、中間接合層と(Mo, W)C基サーメットとの接着についてであるが、中間接合層中に含有さ

物に0.1重量%以上のAlやSiを添加することにより、中間接合層自体の焼結性が向上すると共に、これらの炭化物や窒化物とダイヤモンド粒子との親和性も向上する。特に周期律表第4a族の窒化物であるTiNにAlを0.1重量%以上50重量%以下含有したものをを用いるとその効果は大になる。

本発明における中間接合層で高压相型窒化硼素(以下CBNと称す)を含有する場合、中間接合層の強度は高く、さらに熱伝導率も非常に優れており、ダイヤモンド焼結体層の性能を十分発揮することが可能である。中間接合層としての高压相型窒化硼素の含有量は70容量%以上となると残部である周期律表第4a、5a族の窒化物の含有量は30容量%未満となり、超硬合金との界面でWCと相互固溶体が形成される割合が少なくなると共にWC-CとCBNが反応して生じるボライド(硼化物)が増加しすぎ、中間接合層は脆くなる。

さらに、このボライドは低融点であるため、特

れる周期律表第4a、5a族金属の窒化物は(Mo, W)C基サーメットの主成分である(Mo, W)Cと相互固溶体を形成するため両者は強固に付着するものと思われる。

次に中間接合層とダイヤモンド焼結体の接着については、ダイヤモンドと周期律表第4a、5a族金属の窒化物と反応し、炭窒化物を、両者の接触部で形成したり、あるいは通常ダイヤモンドの結合相として用いられる炭化物や窒化物と固溶体を形成するとともに、更に中間接合層とダイヤモンド焼結体層は焼結前において粉末状態で接しているため、焼結後中間接合層とダイヤモンド焼結体層の成分が混在した層が存在して強固に付着するものと考えられる。

また、(Mo, W)C基サーメットからの鉄族金属の侵入が防止できる理由としては、鉄族金属と周期律表第4a、5a族の窒化物との親和性が悪いこと、(Mo, W)C基サーメット内に液相が出現しても、中間接合層への侵入速度が遅いからであろう。

また、周期律表第4a、5a族の炭化物、窒化

液相が発生して、硬質層中内に侵入し性能を低下させる。

従つて、中間接合層のCBNの含有量は70容量%未満が好ましい。

本発明による複合焼結体の硬質層の厚みは使用目的によつて変るが、一般的には0.5mmから2mmの範囲が好適である。

切削加工用のバイト刃先として使用する場合は、工具が摩耗により寿命となるときの工具刃先逃げ面の摩耗幅は通常約0.5mm以下であるから、それ以上の厚み、即ち0.5mm以上の硬質層があれば良く、また2mmを超える厚みは実際上必要でない。

本発明の特徴である中間接合層の厚みは0.005mm以上2mm以下のものである。中間接合層の厚みが0.005mm未満であると高温焼結の場合(Mo, W)C基母材の結合金属の侵入を防止できないことがある。また2mm以上の中間接合層は実用上必要がない。

本発明による複合焼結体の製造方法としては、周期律表第4a、5a族の窒化物もしくはこれら

の混合物または相互固溶体化合物を主体としたものの、またはこれにCBNを含有したものの中間接合層を得る場合、これらの混合粉末を(Mo, W)C基サーメット母材とダイヤモンド焼結体形成粉末の間に必要な量を粉末状で、または型押体として、あるいは中間接合層形成粉末に適当な溶媒を加え、スラリー状にして(Mo, W)C基サーメット母材に塗布することによつて中間接合層を形成する粉末層を設け、これを超高圧、高温下でホットプレスすることによりダイヤモンドの焼結と同時に中間接合層を焼結し、母材と接合せしめる。なお中間接合層として用いる周期律表第4a族遷移金属をMとした場合、 MN_x で表わされる窒化物のXの値が0.5以上0.95以下の窒化物を用いれば中間接合層の焼結性が増し、接合強度は良好となる。

本発明で用いる周期律表第4a、5aの金属の窒化物は高強度の化合物であるが、CBN含有硬質層の焼結を行なう超高圧条件下(一般には20～90Kb)ではこれらの化合物粉末粒子は変形、破碎し、容易に緻密な状態に充填され、引続いて加

熱されることによつて中間接合層は緻密な焼結体となる。

本発明のダイヤモンド含有硬質層はダイヤモンド容積で20%以上含有するものである。この硬質層は切削工具等の工具として本発明の焼結体を用いる場合、工具刃先となる部分である。本発明ではこの硬質層の組成は用途によつて変えることができる。特に耐摩耗性を重視する場合で、天然ダイヤモンド工具が使用されている様な用途に対しては容積で90%以上のダイヤモンドからなる焼結体とすることができる。このようなダイヤモンド焼結体を得るにはダイヤモンド粉末外部より結合材となる溶融金属を侵入させ焼結することもできるが、ダイヤモンド粉末に結合材となる金属粉末や金属化合物粉末を混合してもよい。

この他、超高圧、高温下でダイヤモンド粉末層中にダイヤモンド生成触媒金属や他の結合金属の融体を含浸せしめることもできる。前述した現在市販されている超硬合金母材に直接接合したダイヤモンド焼結体では超硬合金母材に含まれる結合

金属であるCoがダイヤモンド粉末層中に浸入してダイヤモンド焼結体の結合金属となる。本発明の場合は母材サーメットの結合金属と無関係に結合金属を選択することができる。

例えば発明者等の先願(特願昭51-113387号)のように、Cuを主成分とする結合金属を有するダイヤモンド焼結体とすることによつて加熱劣化に対して従来のダイヤモンド焼結体工具より優れた特性を有する複合焼結体とすることができる。この焼結体ではダイヤモンド焼結体層が約1000℃の加熱によつて劣化することがなく、超硬合金母材との接合界面も同様に劣化しない。この他発明者等の先願(特願昭52-54667号)であるダイヤモンドと周期律表第4a、5a、6a族金属の炭化物、窒化物、硼化物、珪化物の化合物の複合焼結体で、これ等化合物が組織中で連続した結合相となつたもので、ダイヤモンド含有量が容積で20～80%である硬質層も本発明のダイヤモンド含有硬質層として適用できる。

また本発明者等の別の先願(特願昭52-51381号)

は従来の工具用ダイヤモンド焼結体の欠点の一つであつた被研削性を改善したもので、焼結体中のダイヤモンド含有量は容積で30～70%を占め、残部が1μ以下のWCと鉄族金属からなる結合相を有するものである。このダイヤモンド含有硬質層も本発明に適用することもできる。

ダイヤモンドの含有量が99容積%を越えると結合材の含有量が1容積%未満となり焼結体は脆くなる。従つてダイヤモンドの含有量は20容積%以上、99容積%以下が好ましい。

本発明の複合焼結体は機械加工用のバイトや、砥石のドレッサー、ドリルビット等種々の用途に使用される。特にロウ付け等の手段で加熱して工具支持体に接合する場合に本発明の特徴が発揮され、従来の天然ダイヤモンド工具や現在市販されているダイヤモンド焼結体工具よりも安定した接合強度を得ることができる。

以下実施例を述べる。

実施例1

内径10mm、外径14mmのMo製の容器に40

容量%の立方晶型窒化硼素 (Cubic Boron Nitride 以下 CBN と呼ぶ) と残部が Al を 20 重量%含有する $TiN_{0.85}$ の粉末を有機溶剤でスラリー状にして厚さ 0.1 mm に塗布した ($Mo_{0.7}W_{0.3}$)C-11 % Co 組成のサーメット (外径 10 mm、高さ 3 mm) を置き、これに接して粒度 $3\mu m$ のダイヤモンド粒子を 0.15g 充填した。さらにこの上に厚さ 0.5 mm の Ni-Cr 合金板、次いで 0.1 mm の Ta 箔を入れ、Ni 製の栓をしてこの容器全体をダイヤモンド合成に用いる超高压装置に入れた。圧力媒体にはパイロフェライトを用い、ヒーターとしては黒鉛円筒を使用した。まず圧力を 55 Kb まで上げ次いで温度を $1200^{\circ}C$ まで上げて 20 分間保持した。

超高压装置より Mo 容器を取り出し、Mo を切削除去して容器内を観察した。($Mo_{0.7}W_{0.3}$)C サーメット母材には亀裂の発生はなく Ni-Cr を結合材としたダイヤモンド焼結体が中間接合層を介して ($Mo_{0.7}W_{0.3}$)C 基サーメットに強固に接合していた。この複合焼結体を分断し接合界面を観察した結果 (Mo, W)C 基サーメット中の結合金属である鉄族

金属は中間層の一部には存在していたが、ダイヤモンド焼結体中には Ni と Cr は観察されたが Co は存在していなかった。また接合界面には鉄族金属の富化された箇所は見当らなかった。比較のため ($Mo_{0.7}W_{0.3}$)C 基サーメットの代わりに WC-11 % Co 超硬合金を用いたものと中間接合層を使用しないものについて同一焼結条件で試作した。WC-11 % Co 超硬合金を使用した焼結体を使用した焼結体は Mo 容器より取出してみると超硬合金に亀裂があつた。一方中間接合層を用いずに焼結したものは ($Mo_{0.7}W_{0.3}$)C 基サーメット母材には亀裂はなかった。しかし接合界面には Co の富化された箇所が存在しダイヤモンド焼結体中にも多量の Co が侵入していた。この焼結体と中間接合層を用いた焼結体を真空中で $800^{\circ}C$ に 10 分間加熱したところ、中間接合層を有するダイヤモンド焼結体は (Mo, W)C 基サーメットに強固に付着していたが、中間接合層のないダイヤモンド焼結体は (Mo, W)C 基サーメットより容易に取りはずすことができた。

実施例 2

平均粒度 3μ の CBN 粉末 10 容量%含有し、残部が平均粒度 $1\mu m$ の $TiN_{0.7}$ と $ZrN_{0.9}$ が重量比で 2 : 1 である混合粉末を作成した。この粉末を外径 10 mm、高さ 0.5 mm に型押した。外径 12 mm、内径 10 mm の Mo 製の容器に ($Mo_{0.9}W_{0.1}$)C-10 % Ni, 10 % Co サーメットを置きその上に上記型押体を置き更にその上に平均粒度 $1\mu m$ 以下のダイヤモンド粉末と WC, Co より成りそれぞれの割合が容積で 80 : 15 : 5 の混合粉末を充填した。他は実施例 1 と同様にして超高压下でホットプレスした。

得られた焼結体はダイヤモンドと WC-Co より成る焼結体が CBN, TiN, ZrN より成る中間接合層を介して (Mo, W)C 基サーメットに強固に接合していた。この複合焼結体を真空炉中で $1000^{\circ}C$ に加熱して 30 分間保持したが、焼結体は変化がなく接合面が剥離するようなことはなかった。

実施例 3

HfN_{0.8} と Al が重量で 5 : 3 : 2 の割合である混合粉末を ($Mo_{0.5}W_{0.5}$)C-15.3 % Co 合金を入れた後、厚さ 0.3 mm になるように充填した。更にこの上に平均粒度 $3\mu m$ のダイヤモンド粉末と TiC の混合粉末を充填した。他は実施例 1 と同様にして圧力 55 Kb、温度 $1500^{\circ}C$ で 10 分間保持した。得られた焼結体はダイヤモンドと TiC のみから成るもので (Mo, W)C サーメット母材の結合材はダイヤモンド焼結体中には侵入していなかった。この焼結体を $1100^{\circ}C$ 、30 分真空中で加熱したが、ダイヤモンド焼結体は接合面から剥離することとはなかった。

実施例 4

内径 10 mm、外径 14 mm の Mo 製の容器に ($Mo_{0.7}W_{0.3}$)C-15.3 % Co 合金 (外径 10 mm、高さ 3 mm) を入れ表 1 に示す組成の中間接合層形成粉末を外径 10 mm 厚さ 0.3 mm に型押成型し容器内に入れた後、87 容量%のダイヤモンドと、残部が Ni と Cu が重量で 1 : 1 の割合である混合粉

(Mo_{0.7}W_{0.3})C-15.3%Co合金を置き、Ni 粉をして実施例1と同様にして、圧力55Kb、温度1300℃で焼結した。これらの焼結体をMo製

表 1

No	C B N 容量%	残 部 重 量 %						
		TiN _{0.8}	ZrN _{0.8}	HfN _{0.8}	NbN _{0.8}	TaN _{0.8}	Al	Si
A	0	70				10	20	
B	0		60			20	10	10
C	20			30	50			20
D	40		40		50		10	
E	60	60				10	20	10

の容器から取り出したところの焼結体も(Mo_{0.7}W_{0.3})C基サーメットに強固に付着しており、また(Mo, W)C基サーメットには亀裂は認められなかった。次にこれらの焼結体の接合界面をX線マイクロアナライザーにより観察したが、(Mo, W)C基サーメットの結合材である鉄族金属の富化された箇所はなく、ダイヤモンド焼結体への侵入も防止されていた。これらの焼結体を1000℃30分Ar雰囲気中で加熱したが、どの焼結体も(Mo, W)C

基サーメット母材から剥離しなかった。

4 図面の簡単な説明

第1図は本発明の効果を説明するためのもので、本発明で使用する(Mo, W)C基サーメット1及び2と従来のWC-Co超硬合金3及び4の高温ビッカース硬度を比較したものである。結合相金属量が11vol%, 15.3vol%の各々2種の合金について示した。

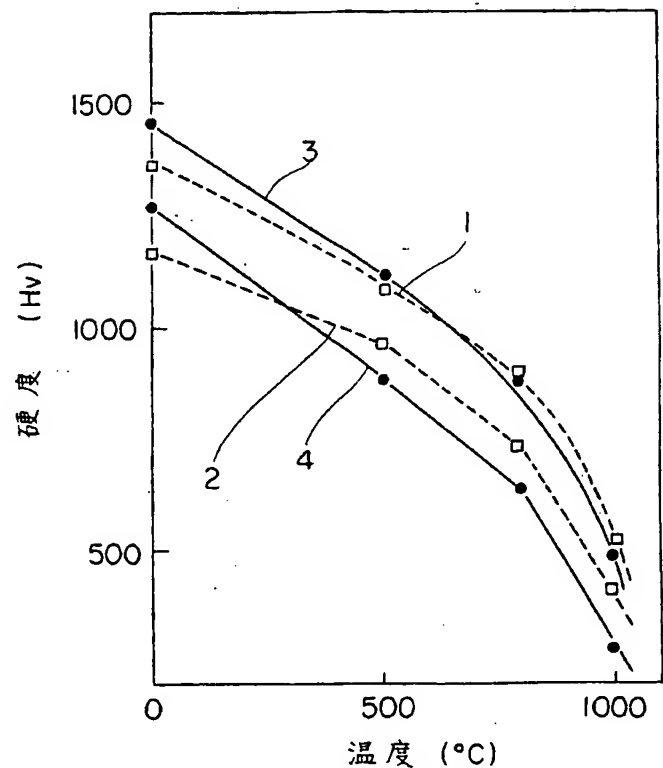
第2図は本発明で使用する(Mo, W)C基サーメット1及び5と従来のWC-Co超硬合金3, 6及び7)の圧縮応力下における応力-歪曲線を比較したものである。曲線の×印で示した点があり、結合金属のvol%が等しいWC-11vol%Co(3)と(Mo_{0.7}W_{0.3})C-11vol%Co(1)では後者が著しく大きな塑性変形能力を有することが判る。

第1図、第2図中の符号は下記組成の合金を示す。(容積%)

1 : (Mo_{0.7}W_{0.3})C-11Co, 2 : (Mo_{0.5}W_{0.5})C-15.3Co, 3 : WC-11Co, 4 : (Mo_{0.7}W_{0.3})C-15.3Co, 5 : (Mo_{0.5}W_{0.5})C-19Co,

6 : WC-16Co, 7 : WC-24Co

第1図



代理人 弁理士 上代哲三

力 2 図

